

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-094109

(43)Date of publication of application : 04.04.1990

(51)Int.Cl.

G11B 5/66

G11B 5/706

G11B 5/85

(21)Application number : 63-244581

(71)Applicant : HITACHI LTD  
HITACHI MAXELL LTD

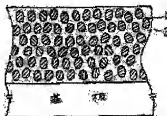
(22)Date of filing : 30.09.1988

(72)Inventor : TAKAYAMA TAKANOBU  
YOSHIDA KAZUYOSHI**(54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND PRODUCTION THEREOF AND RECORDING AND REPRODUCING DEVICE USING THE MEDIUM**

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the perpendicular magnetic recording medium which produces high recording and reproducing outputs and is practicably useable by dispersing fine magnetic metallic particles into the oxide crystal of a specific magnetic metal and suppressing the growth of the crystal grains in a manner as to prevent the formation of a columnar structures, thereby forming the isotropic texture.

CONSTITUTION: This magnetic recording medium is constituted by forming a magnetic layer consisting of the fine magnetic metallic particles 1 and the oxide 2 thereof onto a nonmagnetic substrate. The magnetic layer is formed by dispersing the fine magnetic metallic particles 1 into the oxide 2 of the magnetic metal having the rock salt type crystal structure to suppress the growth of the crystal grains so as to prevent the formation of the columnar structure, by which the isotropic texture is obtained. Such shape factors as to generate the perpendicular magnetic anisotropy hardly exist as the entire part of the thin film but since the actually good perpendicular magnetic recording characteristics are exhibited, the magnetic anisotropy in the perpendicular direction is considered to be dominant in the micro region including the fine metallic particles 1 or the circumference thereof. The perpendicular magnetic recording medium which has the high recording and reproducing outputs and can be practicably used is obtained in this way.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑫ 公 開 特 許 公 報 ( A ) 平 2 - 94109

⑬ Int. Cl. <sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公 開 平成 2 年 ( 1990 ) 4 月 4 日

G 11 B 5/86  
5/706  
5/85

A

7350-5D  
7350-5D  
8911-5D

審査請求 未請求 請求項の数 7 ( 全 10 頁 )

⑮ 発 明 の 名 称 磁気記録媒体とその製造方法及びそれを用いた記録再生装置

⑯ 特 願 昭 63 - 244581

⑰ 出 願 昭 63 ( 1988 ) 9 月 30 日

⑱ 発 明 者 高 山 孝 信 東京都国分寺市東恋ヶ窪 1 丁目 280 番地 株式会社日立製作所中央研究所内

⑲ 発 明 者 吉 田 和 悦 東京都国分寺市東恋ヶ窪 1 丁目 280 番地 株式会社日立製作所中央研究所内

⑳ 出 願 人 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台 4 丁目 6 番地

㉑ 出 願 人 日立マクセル株式会社 大阪府茨木市丑寅 1 丁目 1 番 88 号

㉒ 代 理 人 弁理士 中村 純之助

① 発 明 の 名 称

磁気記録媒体とその製造方法及びそれを用いた記録再生装置

2. 特 許 求 求 の 簡 要

1. 非磁性基体上に磁性金属微粒子とその酸化物から成る磁性層を形成して成る磁気記録媒体であって、前記磁性金属微粒子を微細な結晶構造を有する前記磁性金属の酸化物結晶中に分散せしめ、柱状組織化を防ぐべく結晶粒の成長を抑え、等方的な組織構造として成ることを特徴とする磁気記録媒体。

2. 上記磁性金属微粒子の短軸長が 4 ~ 30nm、長軸長が 5 ~ 40nm であると共に上記磁性層中に含まれる前記金属微粒子の割合が体積比で 20 ~ 25 % であることを特徴とする請求項 1 記載の磁気記録媒体。

3. 上記磁性金属微粒子がコバルト、鉄、ニッケル及びこれらの合金から成る群から選択されて

成る少なくとも 1 種から成ると共に上記その酸化物が酸化コバルト、酸化鉄、酸化ニッケル及びこれらの合金から成る群から選択されて成る少なくとも 1 種の金属酸化物から成ることを特徴とする請求項 1 もしくは 2 記載の磁気記録媒体。

4. 上記磁性層中に含まれる磁性金属微粒子の方位分散として、磁性層に対して誘直の方向を基準とした場合に < 111 > 方位が < 100 > 方位より優勢であることを特徴とする請求項 1、2 もしくは 3 記載の磁気記録媒体。

5. 酸素ガス含有雰囲気下で磁性金属粒子を蒸着させ非磁性基体上に、磁性金属微粒子とその酸化物から成る磁性層を蒸着により形成する磁気記録媒体の製造方法であって、前記蒸着による磁性層の形成速度を 50nm/s 以下の低速で行うことを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

6. 上記磁性金属微粒子がコバルト、鉄及びニッケル及びこれらの合金から成る群から選択されて成る少なくとも 1 種から成ることを特徴とす

る請求項5記載の電気記録媒体の製造方法。

7. 電気記録媒体と、それを走行させる駆動手段と、この電気記録媒体に情報を記録する電気ヘッドと、再生ヘッドとから成る電気記録再生装置であって、上記電気記録媒体を請求項1、2、3もしくは4記載の電気記録媒体で構成して成ることを特徴とする記録再生装置。

### 3. 発明の詳細な説明

#### 【産業上の利用分野】

本発明は磁性金属微粒子とその酸化物との混合物よりなる磁性層を非磁性基体上に形成して成る電気記録媒体とその製造方法及びそれを用いた電気記録再生装置に係り、特に電気特性の優れた垂直電気記録媒体に付着した電気記録媒体とその製造方法及びそれを用いた記録再生装置に関するものである。

#### 【従来の技術】

電気記録の分野における記録密度の向上は近年著しいものがある。特に垂直電気記録方式は現在実用化されている面内電気記録方式とは異なり、

記録密度が高くなるほど自己減磁作用が小さくなる特徴を有し、将来の電気記録方式として注目される勢力的に研究がなされている。

垂直電気記録媒体に関しては、例えば当欄らによってCo-Cr合金の特性について、アイ・イー・イー・イー、トランザクション オン マグネティクス、エム、イー、ジー-14、848 (1978年) [(S.Iwasaki and K.Ouchi: IEEE Trans. Magn., MAG-14, 848 (1978))] において論じられている。Co-Cr合金は電気異方性、飽和磁化ともに大きく、垂直電気記録媒体として優れた特性を備えている。ところが、Co-Cr合金は金属であるために摩耗しやすい問題点がある。このような観点から、例えば特開昭58-140829号に見られるように酸化物との混合物であるCo部分酸化膜が被覆され、電気異方性の大きな垂直酸化膜が得られている。また、例えば、日本応用物理学会誌、Vol.11, No.2, 1987, p.61に見られるように、Fe-Crの部分酸化膜を用いた垂直電気記録媒体の研究も盛んに行われている。

- 3 -

【発明が解決しようとする課題】

しかし、上記Co部分酸化膜及びFe-Cr部分酸化膜では飽和磁化 ( $M_s$ ) が  $10^3 \text{ kA/m}$  以下の範囲で垂直酸化膜が得られるもの、実際に電気ヘッドを用いて記録再生を行うと再生出力が低く、電気記録媒体としては不十分な特性しか得られていない。

電気ヘッドとの摩擦による耐摩耗性を改善する上で、これらの磁性金属を部分的に酸化することは微かにそれなりの効果が見られるが、上述のとおり、再生出力の点で十分であり、更に特性の改善が望まれていた。

本発明の目的は、この問題を解決することであり、その第1の目的は、記録再生出力の高い実用に供する改良された垂直電気記録媒体を、第2の目的はその製造方法を、そして第3の目的はそれを用いた記録再生装置をそれぞれ提供することにある。

#### 【課題を解決するための手段】

上記本発明の第1の目的は、非磁性基体上に垂

直金属微粒子とその酸化物から成る磁性層を形成して成る電気記録媒体であって、前記磁性金属微粒子を溶媒型結晶構造を有する前記磁性金属の酸化物結晶中に分散せしめ、柱状組織化を防ぐべく結晶粒の成長を抑え、等方的な組織構造として成ることを特徴とする電気記録媒体により、達成される。

そして、更に好ましい特徴点を列挙すると下記のとおりである。

(1) 上記磁性金属微粒子の短軸長が  $4 \sim 30 \text{ nm}$ 、より好ましくは  $4 \sim 20 \text{ nm}$ 、長軸長が  $5 \sim 40 \text{ nm}$ 、より好ましくは  $5 \sim 25 \text{ nm}$  であると共に上記磁性層中に含まれる前記金属微粒子の割合が体積比で  $20 \sim 85\%$  であることを特徴とする。この短軸、長軸の割合については、長軸長/短軸長が  $1.0 \sim 10.0$ 、より好ましくは  $1.0 \sim 5.0$  である。また、金属微粒子のより好ましい割合は  $45 \sim 75\%$  である。耐摩耗性の点からは酸化物の多い方が好ましいが、電気特性の面からは少ない方が良く、これら両者の関係から上記の好ましい割合が設定される。

- 5 -

- 68 -

- 6 -

(2) と記磁性金属微粒子がコバルト、鉄、ニッケル及びこれらの合金から成る群から選択されて成る少なくとも1種から成ると共に上記その酸化物が酸化コバルト、酸化鉄、酸化ニッケル及びこれらの低品から成る群から選択されて成る少なくとも1種の金属酸化物から成ることを特徴とする。

(3) 上記磁性層中に含まれる磁性金属酸化物の方位分率として、磁性面に対して垂直の方向を基準とした場合に $<111>$ 方位が $<100>$ 方位より優勢であることを特徴とする。

なお、磁性層を構成する材料としては、磁気ヘッドとの磁気特性(保磁力)を所定値に合わせるためにその調整剤として、上記磁性層中に保磁力を減少させるものとして、Ti, Al, Mn, Ta, Nb, Zrを、逆に保磁力を増加させるものとして、W, Mo, Pt, Ru, Re等の元素を原子%で0.1~10%含有せしめることもできる。

次に、本発明の第2の目的は、酸素ガス含有雰囲気下で磁性金属粒子を蒸発させ非磁性基体上に、

磁性金属微粒子とその酸化物から成る磁性層を蒸着により形成する磁気記録媒体の製造方法であって、前記蒸着による磁性層の形成速度を $30\text{nm/s}$ 以下の低速で行うことを特徴とする磁気記録媒体の製造方法により、達成される。

そして、好ましい上記磁性金属微粒子としては、コバルト、鉄及びニッケル及びこれらの合金から成る群から選択されて成る少なくとも1種から成ることを特徴とするが、その他必要に応じ磁気ヘッドの特性に合わせて保磁力を調整するために保磁力の増、減可能な他の金属元素を加えることもできる。

磁性層の形成は、周知の電子ビーム蒸着による蒸着の他、高周波電力やマイクロ波電力印加によるプラズマ発生装置によるスパッタリングにより容易に形成でき、酸化物の形成は該形成雰囲気中の酸蒸ガス分圧を調整することにより所定の酸素含有量を形成できる。また、蒸着速度つまり磁性層の形成速度は、投入する電力を調整することにより任意に制御可能である。この磁性層のより好

- 7 -

- 8 -

ましい形成速度は $30\sim0.3\text{nm/s}$ 、更に好ましくは $3.0\sim0.3\text{nm/s}$ である。 $0.3\text{nm/s}$ より遅い速度でも可能であるが、余り遅いと必要な膜厚を形成するのに相応の時間を要するため実用的でない。磁性層の膜面垂直方向保磁力(H<sub>ca</sub>)特性の点から見ると形成速度が遅くなるほどその値は大きくなる傾向にあるが、工業的な生産性の面から上記の好ましい速度が設定される。

本発明の第3の目的は、磁気記録媒体と、それを走行させる駆動手段と、この磁気記録媒体に情報を記録する磁気ヘッドと、再生ヘッドとから成る磁気記録再生装置であって、上記磁気記録媒体を本発明の第1の目的を達成することのできる上記磁気記録媒体で構成して成ることを特徴とする記録再生装置により、達成される。

再生ヘッドとしては、磁気ヘッドの他に、例えばフアラデーもしくはカー効果などの光学的手段による光ヘッドを用いることにより、高密度で記録速度の速い、光磁気記録再生装置を実現することができる。

以上のとおり、本発明の目的を達成するための手段について詳述してきたが、ここで以下のとおり略述してみる。

これまでに報告されているCo系部分酸化物では金属微粒子が酸化物中で柱状のコラム構造を成し、その柱状層構造が垂直磁気異方性発生の主要因とされている【中村、谷村：ジェイ・ジェイ・エー・ピー・23(6)エール397(1984年)【N. Nakamura, H. Tanai et. al. : J.J.A.P. 23(6) 397(1984)】。しかしながら、このような従来例では、飽和磁化(M<sub>s</sub>)の値が $5\sim600\text{kA/m}$ 以上の領域では強磁性金属粒子が肥大化、もしくは隣り合った粒子同士が接触するために、結果として、膜の面内方向の磁気的相互作用が強まり、垂直磁気記録媒体としての充分な垂直磁気異方性を有する薄膜が得られていない。

そこで、本発明では強磁性金属微粒子の大きさを磁気膜厚方向に關しても微細化し、強磁性金属微粒子の柱状成長を防いだ。その結果、後の実施例の項で述べるように飽和磁化(M<sub>s</sub>)が $5\sim600$

$kA/\mu$ 以上の領域においても、大きな垂直磁気異方性を有し、実際に磁気ヘッドを用いた記録再生においてもこれまでになく良好な特性が得られるようになった。

このような部分酸化膜は従来例と同じ装置を用いて磁気薄膜中でCo、Fe、Ni等の磁性金属を蒸着することにより作製されるが、上述の強磁性金属の蒸着速度を従来例のおよそ100nm/μsに比べ著しく遅い50nm/μs以下、実用的には30~0.3nm/μsという遅い速度とし、金属微粒子が成長する前に酸化被膜が形成されるように工夫した点が異なる。このような方法で形成した部分酸化膜は、後の実施例で示すように強磁性金属微粒子は従来例で示されたような柱状の形状ではなく、その長軸長径の比においても49nm以下、厚みしくは25nm以下の粒状の粒子がマトリックス状に分散されている構造であり、これまでにない良好な磁気特性を有する垂直磁気記録媒体であった。

#### 〔作用〕

特に柱状構造の組織を持たず、酸化物中に金属

微粒子を分散せしめた構造の磁性膜が良好な垂直磁気記録特性を有する明確な理由は明らかではないが、以下のように考えられる。

第1図に本発明により作製した垂直磁気記録媒体の磁性層断面の幾何組織の模式図を示す。磁性層は強磁性の金属微粒子1を酸化物2中に分散せしめた構造であり、薄膜全体としては垂直磁気異方性を発生するような形状の要因はほとんど無い。しかし、実際に良好な垂直磁気記録特性を示すことから、第1図で示すところの金属微粒子もしくはその周囲をも含めたミクロな領域では垂直方向の磁気異方性が優勢になっているのではないかと考えられる。なおそのミクロな領域で垂直磁気異方性が発生する理由が明確ではないが、酸化物である例えば $CoO$ 、 $FeO$ 、 $NiO$ もしくはそれらの結晶の磁性層面に対して垂直方向の結晶方位分数が $\langle 100 \rangle$ 方位に出べく $\langle 111 \rangle$ 方位が優勢である場合に、特に磁気特性が優れていることから、強磁性の金属微粒子と反強磁性の酸化物との交換相互作用により垂直磁気異方性を発生してい

- 11 -

るものと推定される。

また、一般的に、薄膜形状で垂直磁気記録媒体を実現するためには垂直磁気異方性エネルギー( $K_v$ )の値が薄膜の形状磁気異方性エネルギー( $2\pi M^2s$ 、 $M_s$ :飽和磁化)に對し、 $K_v > 2\pi M^2s$ もしくはそれに近い条件であることが必要とされていた。そのため、これまで実現されてきた $Co-Cr$ などの垂直磁気記録媒体は柱状膜に對し垂直方向の柱状組織を形成し、結晶磁気異方性と柱状組織による形状磁気異方性の相乗効果により、 $K_v > 2\pi M^2s$ もしくはそれに近い条件を満たすようにしている。なぜなら、この条件を満たさない媒体では良好な記録再生特性が得られなかったからである。

これに對し、本発明で得られた垂直磁気記録媒体は例えば飽和磁化( $M_s$ )が1200kA/μの媒体の場合、薄膜形状で測定した垂直磁気異方性エネルギー( $K_v$ )の値が面内形状磁気異方性エネルギー( $2\pi M^2s$ )の0.6倍程度であるにもかかわらず垂直磁気記録が可能であり、これまでにない良好

な記録再生特性が得られた。これは本発明で得られた垂直磁気記録媒体では、薄膜状態で測定される垂直磁気異方性エネルギー( $K_v$ )は面内形状磁気異方性エネルギー( $2\pi M^2s$ )に比べ、飽和磁化の大きな領域では小さくなるにもかかわらず、実際に垂直磁気記録される場合には第2図に示すように柱状に近い領域が形成されるためである。なお、周囲において、大きな矢印3は記録磁化の方向を、そして小さな矢印3'は磁性金属微粒子1の磁化方向をそれぞれ示す。この膜面垂直方向に磁区が形成され易い性質は、本発明の垂直磁気記録媒体が第1図に示したような金属微粒子を酸化物中に分散させた独特な構造であることに起因しているためと推察される。

#### 〔実施例〕

以下、本発明の実施例を説明する。

##### 実施例1

第3図に示した真空蒸着装置を用いてポリイミド基板4上にCo部分酸化膜を形成した。Coは電子ビーム加熱蒸着炉6を用いて溶解し、蒸着した。

- 13 -

- 70 -

- 14 -

また部分酸化を行うための酸素ガス導入はニードルバルブ8により調整した。

まず、部分酸化膜を形成する際の蒸着速度について検討するために、基板温度を30℃と一定にして、Coの蒸着速度を0.3、3、30、100nm/sとそれぞれ異なる条件で厚さ200nmのCo部分酸化膜から成る磁性層を作製した。なお、形成した部分酸化膜の飽和磁化(Ms)が約1000kA/mと同一になるように蒸着中の酸素分圧を $4 \times 10^{-4}$  Torrから $10^{-2}$  Torrの範囲で調整した。これらのCo部分酸化膜について試料移動型磁力計を用いて測定した膜面垂直方向の保磁力(Hc)ならびに磁気トルクメータを用いて測定した垂直磁気異方性エネルギー(Ku)の値を第1表に示す。

第1表

	蒸着速度 (nm/s)	膜面垂直方向保磁力 Hc (kA/m)	垂直磁気異方性 エネルギーKu(J/m <sup>2</sup> )
実	0.3	140	$4.6 \times 10^4$
測	3.0	110	$4.1 \times 10^4$
例	30	86	$3.6 \times 10^4$
例	100	48	$2.7 \times 10^4$

※比較例(従来例)

- 15 -

れた。

次に蒸着条件として、基板温度を30℃、Coの蒸着速度を0.3nm/sと同一にし、蒸着前の酸素導入圧力を2mPaから20mPaの間で変化させ、飽和磁化(Ms)の値が、330、520、600、850、1000、1200kA/mのCo部分酸化膜を作製した。なお、膜厚はいずれも200nm程度である。これらのCo部分酸化膜について試料移動型磁力計を用いて測定した磁気特性値を第2表に示す。

第2表

試料No	飽和磁化 Ms(kA/m)	膜内方向保磁力 Hc <sub>in</sub> (kA/m)	垂直方向保磁力 Hc <sub>v</sub> (kA/m)	垂直方向形状比 0.7(Hc <sub>v</sub> /Hc <sub>in</sub> ) <sub>Δ</sub>
C-1	330	32.6	41.4	0.10
C-2	520	38.2	97.1	0.19
C-3	600	39.4	99.5	0.17
C-4	850	55.7	139.9	0.18
C-5	1000	34.6	85.3	0.12
C-6	1200	24.9	93.1	0.24

また、磁気トルクメータを用いて測定したCo部分酸化膜の垂直磁気異方性エネルギー(Ku)の値を第4表に示す。また、これらのCo部分酸化

Coの蒸着速度が従来の100nm/sの場合、膜面垂直方向の保磁力は48kA/m、垂直磁気異方性エネルギー(Ku)の値は $2.7 \times 10^4$  J/m<sup>2</sup>であった。この場合、垂直磁気異方性エネルギー(Ku)の値は、薄膜形状に起因する膜内形状異方性エネルギー(2 mJ/m<sup>2</sup>)の半分以上である。そのため、実際に磁気ヘッドを用いて記録を試みても、膜面垂直方向に磁化を記録することはできなかった。

次に、Coの蒸着速度を遅くした場合、垂直方向保磁力(Hc<sub>v</sub>)及び垂直磁気異方性エネルギー(Ku)の値は大幅に増加する傾向が見られた。特に、Coの蒸着速度を0.3nm/sとした場合には垂直方向保磁力(Hc<sub>v</sub>)が140kA/m、垂直磁気異方性エネルギー(Ku)が $4.6 \times 10^4$  J/m<sup>2</sup>と大きな値が得られた。この場合、垂直磁気異方性エネルギー(Ku)は薄膜形状に起因する膜内形状異方性エネルギー(2 mJ/m<sup>2</sup>)の0.7程度であるが、実際に磁気ヘッドを用いて記録を試みたところ膜面垂直方向に磁化が記録され、伝送するように、これまでにない良好な記録再生特性が得ら

- 16 -

化膜の記録再生特性をギャップ長0.2μmの磁気ヘッドを用いて測定した結果として、低周波規格化再生出力:B<sub>50</sub> (増幅1ターン、相対速度1m/s、トラック幅1μm、線記録線長10kFCIにおける値)と出力半減帯記録密度(D<sub>50</sub>)の値を第5表にまとめた。

第5表に示すように飽和磁化(Ms)の値が330から1200kA/mの範囲でいずれも良好な垂直磁気記録特性が得られた。なお、これらの中で、飽和磁化(Ms)の値が1000kA/m及び1200kA/mのCo部分酸化膜では、第4表に示したように垂直磁気異方性エネルギー(Ku)の値が膜内形状異方性エネルギー(2 mJ/m<sup>2</sup>)の値のそれぞれ0.8及び0.6程度であるにもかかわらず、良好な垂直磁気記録特性が得られている。

垂直磁気記録の分野において、このようなことはこれまでになかったことである。これは、強磁性の金属微粒子を酸化物中に分散せしめ、かつ薄膜形状で計測し得ないミクロな領域での垂直磁気異方性をもたせたことに起因するものと推察され

る。

第6図(a)には上記したCo部分酸化膜の微細組織構造を示す一例として、焼却酸化(Ma)の値が520kA/aのCo部分酸化膜の断面方向から観察した透過電子顕微鏡写真を示す。なお、第6図(b)には組織の模式図を示したものであり、1は活性金属微粒子、2はその酸化物マトリックスをそれぞれ示す。写真の中で黒っぽく見える粒状の部分が金属Coの微粒子の集まりであり、10nmないし30nmの粒径の金属Coの微粒子が、ほとんど均一に膜中に分散しており、粒状構造のような垂直面方向への大きな形状選択気流方向性を発生する構造ではない。従って、本実施例で示したCo部分酸化膜の垂直面方向の形状選択気流方向性は粒状構造のような形状選択気流方向性が主原因ではなく、膜内部のミクロな領域、即ち酸化物をも含む金属微粒子近傍内で発生しているものと考えられる。

なお、上記したCo部分酸化膜にTiをCoに対して3.5at%添加したCo部分酸化膜の電気特性の典型例を第4図、記憶再生特性値を第5図の中に

示し、もしくは今印で示した、Tiを添加することにより、第5図中に示したように記憶再生特性が向上した。これはTiを添加することにより、垂直方向の保磁力(Hc1)が減少し、磁気ヘッドによる書き込み効率が増したためである。またTiを添加したCo部分酸化膜では、第7図(a)の透過電子顕微鏡写真を示すように、第6図(a)で示した何も添加していないCo部分酸化膜中の金属Coの微粒子に比べ、さらに微粒子化し、微粒子の粒径は10nm程度になっていた。第7図(b)は第6図(b)と同様に、組織の模式図を示した。なお、このように粒子がより微粒子化し、保磁力が減少する傾向はTiの他にAl、Mn、Ta、Nb、Zr等の元素を添加した場合にも見られた。なお、W、Mo、Pt、Ru、Re等の元素を添加した場合には保磁力が増加する傾向がみられた。

以下 余白

- 18 -

- 20 -

## 実施例2

実施例1で述べた方法と同様の方法でCo-Fe合金、Co-Ni合金を蒸着原料に用いてCo-Fe、Co-Ni合金の部分酸化膜を作製した。作製したCo-Fe及びCo-Ni合金の部分酸化膜の電気特性の例を第3表に示す。

第3表

試料No	Coに対するFe,Niの組成	焼却酸化温度(°C)	垂直方向保磁力Hc1(kA/m)	垂直方向保磁力Hc2(kA/m)	垂直方向保磁力Hc3(kA/m)	垂直方向保磁力Hc4(kA/m)	垂直方向保磁力Hc5(kA/m)
CP-4	Fe:4at%	700	23.9	78.0	9.16	20	
CP-10	Fe:10at%	700	11.9	12.7	8.02	20	
CP-10H	Fe:10at%	720	24.9	36.2	9.05	150	
CP-61	Fe:61at%	750	30.1	28.5	8.03	20	
CP-76	Fe:76at%	680	5.3	10.7	8.02	20	
CP-5	Ni:5at%	700	27.8	71.6	9.19	20	
CP-10	Ni:10at%	650	24.5	58.7	9.15	20	
CP-30	Ni:30at%	570	11.9	12.8	8.03	20	

実施例1と同様に蒸着時の基板温度が50℃、蒸着速度が0.3nm/sの条件では、Feを4at%添加した場合には良好な電気特性を得たが、Feが10at%から76at%含まれるCo-Fe合金の部分酸化膜では垂直方向の保磁力(Hc1)が30kA/m以下

と小さく良好な垂直磁気記録特性が得られなかった。なお、蒸着時の基板温度を150℃と高くしてFeを10at%含有した試料NoCP-10Hで表示したCo-Fe合金の部分酸化膜を作製した結果、第3表中に示すように比較的良好な電気特性が得られた。

第8図にFeを含まないCo部分酸化膜(曲線A)、Feを4at%(曲線B)、10at%(曲線C)、61at%(曲線D)含有するCo-Fe合金の部分酸化膜の又線垂直強度曲線を示す。良好な電気特性を示した部分酸化膜ではこの図の曲線A、B、Cに示すように、CoもしくはFeもしくはそれらの合金の111反射が200反射に比べ優勢に現われている。一方垂直方向の保磁力(Hc1)が小さく、好ましい電気特性の得られなかった部分酸化膜では曲線C、Dに示すように111反射に比べ200反射の方が優勢に現われている。即ち、垂直磁気方向性が発生している部分酸化膜では、膜面垂直方向にCoO、FeO等の岩塩型構造の酸化物の<111>方位が<100>方位に比べ優

- 21 -

- 72 -

- 22 -

先的に配向していることが分かる。

なお、本実施例で示したFeを4at%含むCo-Fe合金の部分酸化膜及びNiを5at%及び10at%含むCo-Ni合金の部分酸化膜においても実施例1で示した記録再生特性と同様の優れた記録再生特性が得られた。

#### 実施例3

実施例1で述べた方法と同様の方法でFe及びFe-Ni合金を蒸着原料に用いてFe及びFe-Ni合金の部分酸化膜を作製した。従来例との比較のためにFe及びFe-Ni合金の蒸着速度は100 nm/s (従来) と0.3 nm/s (本実施例) とした。なお、蒸着時の基板温度は30℃である。また、いずれの部分酸化膜においても、飽和磁化(Ms)が80kA/mとなるように酸素ガス導入量を適宜調整した。また、本実施例で作製したFe-Ni合金の部分酸化膜中に含まれるNiの割合はFeとNiの和に対して5at%であった。

作製したFe及びFe-Ni合金の部分酸化膜の磁気特性を以下の第4表に示す。

第4表

Fe、Fe-Ni合金の部分酸化膜の磁気特性

金属材料	蒸着速度 (nm/s)	面内方向保磁力 $H_{ci}$ (kA/m)	垂直方向保磁力 $H_{c2}$ (kA/m)
Fe	0.3	28.0	52.0
	100	24.0	25.2
Fe-Ni 合金	0.3	26.4	50.8
	100	21.3	24.2

Fe及びFe-Ni合金の部分酸化膜の場合、実施例1及び実施例2で示したCoを主成分とする部分酸化膜に比べ垂直方向保磁力( $H_{c2}$ )が小さく、特性的には劣っているが、従来例である蒸着速度が100 nm/sの場合に比べ蒸着速度を0.3 nm/sと速くすることにより、垂直方向保磁力( $H_{c2}$ )が2倍以上に増大し、垂直磁気異方性が格段に向上していることが分かる。

#### 実施例4

第9図に本発明による垂直磁気記録媒体を光磁気記録再生に応用した場合の装置の概略を示す。図面に示すように光透過性の良いテープ14に形成した垂直磁気記録媒体9をテープ送り機構(図

面省略)に取り付け、信号記録用の磁気ヘッド10と光再生システム15を構成する偶発子11、レーザビーム12、検出子13を備えた装置である。なお、垂直磁気記録媒体9は実施例1と同じ条件で作製したものであり、作製した垂直磁気記録媒体9の磁気特性は飽和磁化(Ms)が520kA/m、垂直方向保磁力( $H_{c2}$ )が72kA/m、垂直方向角形比( $M_r/M_s$ )が0.19である。また、信号記録に使用した磁気ヘッド10はギャップ長が0.5  $\mu$ m、トラック幅が5  $\mu$ mのものである。また光再生系に用いた光源は波長が630 nmの半導体レーザーであり、1  $\mu$ mのスポット径に集光した。

このように信号記録を磁気ヘッドで行い、信号再生を光再生システムで行って記録再生特性を評価したところ、0.7  $\mu$ mのビット長において、C/N比が約45 dB (ノイズ帯域30 kHz)の良好な特性が得られた。

#### 【発明の効果】

本発明による磁気記録媒体は、垂直磁気記録再生特性が優れており、所望の目的を達成すること

ができた。また、この磁気記録媒体は製造方法が簡単であり、直線で作製が可能であるから耐熱性の高い基板にも形成できる。また実施例で示したように飽和磁化が1000kA/m以上の磁気記録媒体を作製した場合にも垂直磁気記録が可能であり、高い記録再生出力が得られる。また、磁性金属微粒子の粒径が小さいことから、高いS/N比及び高密度磁気記録が可能で、実用上の利点は大きい。

また実施例では蒸着法により基板上に直接垂直磁気記録媒体を作製した例について説明したが、例えば金属Coを酸溶ガス中で蒸発し、表面がCoOで覆われた金属Co微粒子を作製し、その粉末をフィルム上に散布する方法によっても優れた特性を有する垂直磁気記録媒体を得ることができる。

また本発明による磁気記録媒体を光磁気記録再生装置に応用した例として、実施例ではファラデー効果を利用した装置について示したが、カー効果を利用した場合においても同様である。このよ



うに本発明による磁気記録媒体を用いることにより、磁気ヘッドによる信号記録及び消去によって信号再生する光磁気記録再生装置が実現できる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の垂直磁気記録媒体の断面構成を示した微細組織の模式図、第2図は同じく本発明の磁気記録媒体における磁化記録状態の模式図、第3図は本発明の磁気記録媒体の作製に用いた電子ビーム加熱露光装置の概略断面図、第4図はCo部分酸化膜の垂直磁気異方性エネルギーの値と磁化依存性、第5図はCo部分酸化膜の記録再生特性、第6図はCo部分酸化膜断面の透過電子顕微鏡像、第7図はTiを3.5at%添加したCo部分酸化膜断面の透過電子顕微鏡像、第8図はCo-Fe合金の部分酸化膜のX線回折強度曲線図、第9図は本発明による垂直磁気記録媒体を用いた光磁気記録再生装置の概略図である。

#### 符号の説明

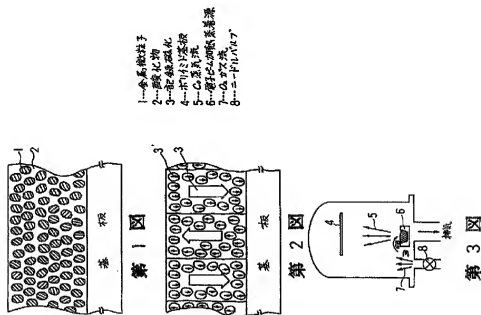
- |          |           |
|----------|-----------|
| 1…金属粒子   | 2…酸化物     |
| 3…記録磁化   | 4…ポリイミド基板 |
| 5…Co部分酸化 | 6…Co部分酸化膜 |
| 7…電子銃    | 8…電子ビーム   |

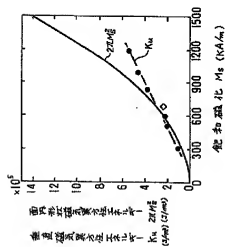
- |                      |               |
|----------------------|---------------|
| 5…Co部分酸化             | 6…電子ビーム加熱露光装置 |
| 7…O <sub>2</sub> ガス流 | 8…ニードルバルブ     |
| 9…垂直磁気記録媒体           | 10…磁気ヘッド      |
| 11…磁光子               | 12…レーザビーム     |
| 13…検光子               |               |

代理人弁理士 中村 純之助

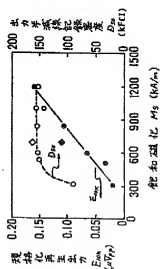
- 27 -

- 28 -

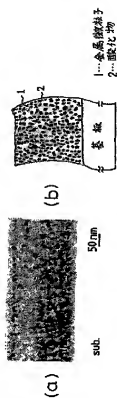




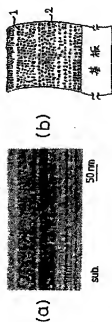
第 4 图



第 5 图

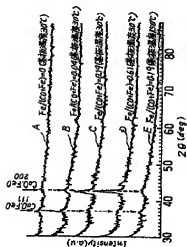


第 6 图

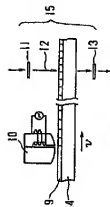


第 7 图

9...真空管記録媒体  
10...真空管ヘッド  
11...磁気ヘッド  
12...磁気ヘッド  
13...磁気ヘッド  
14...磁気ヘッド



第 8 図



第 9 図

手 続 補 正 書 (方式)

平成 1 年 4 月 21 日

特許庁長官 殿

1. 事件の表示 昭和63年特許第244561号
2. 発明の名称 磁気記録媒体とその製造方法及びそれを用いた記録再生装置

3. 補正をする者  
事件との関係 特許出願人  
名 称 (510) 株式会社 日立製作所  
名 称 日立マクセル 株式会社

4. 代 理 人  
住 所 (〒100) 東京都千代田区丸の内一丁目5番1号  
新丸ノ内ビルディング3階44区 (電話214-0502)  
氏 名 (6835) 井堀士 中村 義之助

5. 補正命令の日付 昭和63年12月20日
6. 補正の対象 明細書の図面の簡単な説明の欄
7. 補正の内容 添付別紙のとおり

方式審  
査 審 査

補正の内容

(1) 明細書第27頁第12行目の「第8図は～」から同じく第14行目の「～透過電子顕微鏡像」までの記載を「第8図(a)はC<sub>60</sub>部分酸化膜断面の金属組織を示す透過電子顕微鏡写真、第8図(b)はそれに対応した金属組織の模式図、第7図(a)はT1を3.5at%添加したC<sub>60</sub>部分酸化膜断面の金属組織を示す透過電子顕微鏡写真、第7図(b)はそれに対応した金属組織の模式図」に補正する。